

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-215749  
(43)Date of publication of application : 10.08.2001

(51)Int.Cl.

G03G 9/08  
G03G 9/087

(21)Application number : 2000-024982

(71)Applicant : NIPPON ZEON CO LTD

(22)Date of filing : 02.02.2000

(72)Inventor : IGA TAKASHI  
MASUO KOJIRO  
SATO KAZUHIRO

## (54) ELECTROPHOTOGRAPHIC DEVELOPER, METHOD OF PRODUCING THE SAME AND METHOD OF FORMING IMAGE BY USING THE DEVELOPER

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an electrophotographic developer and a method of producing that developer, in particular, an electrophotographic developer having excellent fluidity and prerervability, hardly causing inferior picture quality such as white stripes, and hardly showing decrease in the picture quality even when the temperature or humidity changes, and to provide a method of forming an image by using that developer.

**SOLUTION:** The electrophotographic developer is obtained by suspension-polymerizing a polymerizable monomer to obtain a dispersion liquid of color polymer particles in a water dispersion medium which is prepared by dissolving a water-soluble compound containing an element selected from boron and phosphorus, passing the dispersion liquid through a filter cake layer consisting of polymer particles for filtering having a larger average particle diameter than the average particle diameter of the color polymer particles so as to filter and dehydrate, then cleaning the color polymer particles, drying the washed particles, and depositing an external additive on the surface of the color polymer particles.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 31.10.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3721915

[Date of registration] 22.09.2005

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-215749

(P2001-215749A)

(43)公開日 平成13年8月10日(2001.8.10)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>  
G 0 3 G 9/08  
9/087

識別記号  
3 7 1  
9/087

F I  
G 0 3 G 9/08  
3 7 1  
3 8 4

テマコード\*(参考)  
2 H 0 0 5

審査請求 未請求 請求項の数 6 O.L (全 11 頁)

(21)出願番号 特願2000-24982(P2000-24982)

(22)出願日 平成12年2月2日(2000.2.2)

(71)出願人 000229117  
日本ゼオン株式会社  
東京都千代田区丸の内2丁目6番1号  
(72)発明者 伊賀 隆志  
神奈川県川崎市川崎区夜光一丁目2番1号  
日本ゼオン株式会社総合開発センター内  
(72)発明者 増尾 好治郎  
神奈川県川崎市川崎区夜光一丁目2番1号  
日本ゼオン株式会社総合開発センター内  
(72)発明者 佐藤 一宏  
神奈川県川崎市川崎区夜光一丁目2番1号  
日本ゼオン株式会社総合開発センター内  
Fターム(参考) 2H005 AA01 AA08 AB06 CA04 CB20  
EA01 EA07 EA10

(54)【発明の名称】 電子写真用現像剤、その製法及び該現像剤を用いた画像形成方法

(57)【要約】

【課題】 現像剤及びその製法に関し、さらに詳しくは、流動性及び保存性に優れ、白すじなどの画質不良がなく、しかもその画質低下が温度や湿度などに変動があるてもほとんど変わらない電子写真用現像剤及びその製法、該現像剤を用いた画像形成方法を提供する。

【解決手段】 ホウ素及びリンから選ばれる元素を含有する水溶性化合物を溶解した水分散媒中で、重合性单量体を懸濁重合し着色重合体粒子の分散液を得、該分散液を、該着色重合体粒子の平均粒子径より大きい平均粒子径を有する濾過用重合体粒子からなる濾過ケーキ層を通して濾過脱水して洗净し、洗净した着色重合体粒子を乾燥し、次いで着色重合体粒子表面に外添剤を付着させることによって電子写真用現像剤を得る。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ホウ素又はリンの含有率が0.1～100 ppmである電子写真用現像剤。

【請求項2】 着色重合体粒子とその粒子表面に付着した外添剤とからなる請求項1記載の電子写真用現像剤。

【請求項3】 イオン交換水煮沸抽出法によって測定したpHが4～8である請求項1又は2記載の電子写真用現像剤。

【請求項4】 導電率 $\sigma_1$ の水でイオン交換水煮沸抽出法によって測定した現像剤分散液の導電率 $\sigma_2$ が20 μS/cm以下であり、 $\sigma_2 - \sigma_1$ が10 μS/cm以下である請求項1、2又は3記載の電子写真用現像剤。

【請求項5】 ホウ素及びリンから選ばれる元素を含有する水溶性化合物を溶解した水分散媒中で、重合性単量体を懸濁重合し着色重合体粒子を得る工程、着色重合体粒子の平均粒子径よりも小さくない平均粒子径を有する濾過用重合体粒子からなる濾過ケーキ層に通して濾過脱水して洗浄する工程及び洗浄した着色重合体粒子を乾燥する工程を有する電子写真用現像剤の製法。

【請求項6】 請求項1、2、3又は4記載の電子写真用現像剤を用いて、感光体上の静電潜像を現像して現像剤像を得る工程、転写材に該現像剤像を転写する工程及び転写された現像剤像を定着する工程を有する画像形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、現像剤及びその製法に関し、さらに詳しくは、流動性や保存性に優れ、白すじなどの画質不良がなく、しかもその画質低下が温度や湿度などに変動があってもほとんど変わらない電子写真用現像剤及びその製法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来より、電子写真複写機や電子写真印刷機等の電子写真装置において形成される静電潜像は、まず、現像剤により現像され、次いで、形成された現像剤像は、必要に応じて紙等の転写材上に転写された後、加熱、加圧、溶剤蒸気など種々の方式により定着される。

【0003】 電子写真装置によって形成される画像は、年々、その精細さへの要求が高くなっている。該装置に用いる現像剤は、従来、着色剤などを含有する樹脂を溶融し、粉碎し、分級して得る粉碎法現像剤が主流であったが、粒径コントロールが容易で、分級などの煩雑な製造工程を経なくても済むと言われている重合法現像剤が注目されるようになってきている。

【0004】 重合法現像剤としては、現像剤を導電率 $\sigma_1$ なる水中に現像剤1gに対して20mlの割合で分散し、充分攪拌して平衡状態にしてから、該重合法現像剤を濾過した濾過液の導電率 $\sigma_2$ との間に $5 \mu\text{S}/\text{cm} \leq \sigma_2 - \sigma_1 \leq 50 \mu\text{S}/\text{cm}$ なる関係を有するものが提

案されている（特開平8-248676号）。この重合法現像剤は磁性鉄粉との摩擦によって帶電されるものであって、いわゆる二成分現像剤である。ところが、この二成分現像剤を、現像ロールや現像ブレードとの摩擦によって帶電させる非磁性一成分現像剤として用いたときには、帶電量の環境依存性が大きく、環境変動による画質の低下が見られた。また、流動性、保存性も低かった。

【0005】 非磁性一成分現像剤として、先に本出願人は、イオン交換水煮沸抽出法によって測定したpHが約4～7である現像剤（特開平11-72949号公報）を提案している。この現像剤では、環境変動による画質低下が大幅に改善され、保存性及び流動性などもかなり改善されている。しかし、当業界における画質向上に対する要求はさらに高くなってきており、更なる改善が要望されていた。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、現像剤及びその製法に関し、さらに詳しくは、流動性及び保存性に優れ、白すじなどの画質不良がなく、しかもその画質低下が温度や湿度などに変動があってもほとんど変わらない電子写真用現像剤及びその製法、該現像剤を用いた画像形成方法を提供することにある。本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意研究した結果、ホウ素又はリンの含有率が特定範囲にある現像剤を用いることによって、上記目的を達成できることを見だし、この知見に基づいて、本発明を完成するに到った。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 かくして、本発明によれば、（1）ホウ素又はリンの含有率が0.1～100 ppmである電子写真用現像剤が提供される。また、本発明によれば（2）ホウ素及びリンから選ばれる元素を含有する水溶性化合物を溶解した水分散媒中で、重合性単量体を懸濁重合し着色重合体粒子を得る工程を有する電子写真用現像剤の製法が提供される。さらに、本発明によれば（3）前記電子写真用現像剤を用いて、感光体上の静電潜像を現像して現像剤像を得る工程、転写材に該現像剤像を転写する工程及び転写された現像剤像を定着する工程を有する画像形成方法が提供される。

## 【0008】

【発明の実施の形態】 本発明の電子写真用現像剤は、ホウ素又はリンの含有率が0.1～100 ppm、好ましくは0.2～50 ppm、さらに好ましくは0.5～10 ppmである。ホウ素又はリンの含有率が少ない場合には、白筋などの画質不良が生じやすくなり、含有率が多い場合には温度や湿度が変動したときに画質が低下するようになる。本発明の特に好適な電子写真用現像剤はホウ素の含有率が0.1～100 ppm、好ましくは0.2～50 ppm、さらに好ましくは0.5～10 ppmである。ホウ素又はリンの含有率は、以下の方法に

よって測定された値である。すなわち、精秤した現像剤5 gを100m lのポリ容器に入れ、さらにイオン交換水50m lを加えて、振とうして、現像剤を分散させた。次に90°Cの温水中に該容器を漬け加熱し、30分間振とうした。次に、0.4μ mフィルターで濾過し、その濾液をイオンクロマトグラフィーを用いて、ホウ素又はリンを定量し、現像剤中の含有率を求めた。

【0009】本発明の好適な現像剤は、それをイオン交換水煮沸抽出法によって測定したときのpHが4~8、好ましくは4.5~7.5のものである。pH 4未満あるいは、pH 8超過になると、現像剤の帶電量の環境依存性が大きくなり、環境変化による画質の低下が生じるようになる。なお、イオン交換水煮沸抽出法によって測定したときのpHは、現像剤6 gをイオン交換水(陽イオン交換処理と陰イオン交換処理を行ったもの)100 gに分散し、これを10分間煮沸した後、別途10分間煮沸しておいたイオン交換水を添加して煮沸前の容量に戻し、室温に冷却した後、pH計を用いて測定した値である。

【0010】本発明の好適な現像剤は、導電率 $\sigma_1$ の水でイオン交換水煮沸抽出法によって測定した現像剤分散液の導電率 $\sigma_2$ が、20 μS/cm以下、好ましくは15 μS/cmであり、 $\sigma_2 - \sigma_1$ が、10 μS/cm以下、好ましくは5 μS/cm以下である。水の導電率 $\sigma_1$ は、通常、0~15 μS/cmである。 $\sigma_2$ が大きい場合あるいは $\sigma_2 - \sigma_1$ が大きい場合には、帶電量の環境に対する依存性が高くなつて、環境変動(温度や湿度の変化)による画質の低下を引き起こすようになる。イオン交換水煮沸抽出法によって測定した現像剤分散液の導電率 $\sigma_2$ は、該現像剤6 gを導電率 $\sigma_1$ のイオン交換水100 gに分散して分散液を得、この分散液を10分間煮沸した後、別途10分間煮沸しておいたイオン交換水を添加して煮沸前の容量に戻し、室温に冷却した後、導電率計で測定した値である。

【0011】さらに本発明の好適な現像剤は、該現像剤1 gを導電率 $\sigma_1$ の水20m lに分散して分散液を得、この分散液を十分に攪拌して平衡状態にしてから、該分散液を濾過した濾液の導電率D2としたときに、D2 -  $\sigma_1$ が、通常、5 μS/cm未満、好ましくは4 μS/cm以下である。D2 -  $\sigma_1$ が大きくなると、帶電量の環境に対する依存性が高くなつて、環境変動(温度や湿度の変化)による画質の低下を引き起こすようになる。

【0012】本発明の電子写真用現像剤は、着色重合体粒子と、キャリアとからなる二成分現像剤であつても良いが、着色重合体粒子と、その粒子表面に付着した外添剤とからなる一成分現像剤が好適である。

【0013】本発明の現像剤を構成する着色重合体粒子は、その平均粒子径(d<sub>v</sub>)が、通常、1~20 μm、好ましくは1.5~15 μm、さらに好ましくは1.5~8 μmである。また、体積平均粒径(d<sub>v</sub>)／個数平

均粒径(d<sub>p</sub>)は、通常、1.7以下、好ましくは1.5以下である。本発明の現像剤を構成する着色重合体粒子は、その長径r<sub>l</sub>と短径r<sub>s</sub>との比(r<sub>l</sub>/r<sub>s</sub>)が、通常、1~1.2、好ましくは1~1.1のものである。この比が大きくなると、画像の解像度が低下する傾向に、また、画像形成装置の現像剤収納部に該現像剤を納めたときに現像剤同志の摩擦が大きくなるので外添剤が剥離したりして、耐久性が低下する傾向になる。

【0014】本発明に用いる着色重合体粒子は、単一の重合体からなる粒子であつてもよいが、複数の重合体が層を成した粒子であつてもよい。層を成した粒子の代表例としては、コアーシェル構造をなした粒子が挙げられる。このコアーシェル構造粒子は、例えば、分散安定剤を含有する水分散媒中で、重合性单量体、着色剤等を含有する重合性单量体組成物(コア用单量体組成物)を懸濁させ、重合開始剤を用いて重合することにより、コア粒子を製造し、更に、シェル用单量体と重合開始剤を添加し、重合することで、コア粒子表面にシェル層を形成することによって得ることができる。現像剤の高温保存性と低温定着性とのバランスを向上させるために、コア層を構成する重合体のT<sub>g</sub>を低くし、シェル層を構成する重合体のT<sub>g</sub>を高くすることが好ましい。

【0015】着色重合体粒子は、重合性单量体を重合して得られるものである。着色重合体粒子を得るために用いる重合性单量体としては、モノビニル系单量体を挙げることができる。モノビニル系单量体の具体例には、スチレン、ビニルトルエン、α-メチルスチレン等のスチレン系单量体；アクリル酸、メタクリル酸；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド等のアクリル酸またはメタクリル酸の誘導体；

【0016】エチレン、プロピレン、ブチレン等のエチレン性不飽和モノオレフィン；塩化ビニル、塩化ビニリデン、フッ化ビニル等のハロゲン化ビニル；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のビニルエステル；ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル等のビニルエーテル；ビニルメチルケトン、メチルイソプロペニルケトン等のビニルケトン；2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-ビニルピロリドン等の含窒素ビニル化合物；等が挙げられる。これらのモノビニル系单量体は、単独で用いてもよいし、複数の单量体を組み合わせて用いてもよい。これらモノビニル系单量体のうち、スチレン系单量体またはアクリル酸もしくはメタクリル酸の誘導体が、特にスチレンと(メタ)アクリル酸アルキルエステルとが好適に用いられる。

【0017】本発明に用いる重合性単量体として、架橋性単量体を保存性改善のために用いることが好ましい。架橋性単量体は、2以上の中合可能な炭素-炭素不飽和二重結合を有する単量体である。具体的には、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン、及びこれらの誘導体等の芳香族ジビニル化合物；エチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート等のジエチレン性不飽和カルボン酸エステル；N、N-ジビニルアニリン、ジビニルエーテル等のジビニル化合物；3個以上のビニル基を有する化合物；等を挙げることができる。これらの架橋性単量体は、それぞれ単独で、あるいは2種以上組み合わせて用いることができる。本発明では、架橋性単量体を、モノビニル系単量体100重量部に対して、通常、0.05～5重量部、好ましくは0.1～2重量部の割合で用いることが望ましい。

【0018】また、本発明では、保存性と定着性とのバランスを良くするためにマクロモノマーを重合性単量体として用いることが好ましい。マクロモノマーは、分子鎖の末端にビニル重合性官能基を有するもので、数平均分子量が、通常、1,000～30,000のオリゴマーまたはポリマーである。数平均分子量が小さいものを用いると、重合体粒子の表面部分が柔らかくなり、保存性が低下するようになる。逆に数平均分子量が大きいものを用いると、マクロモノマーの溶融性が悪くなり、定着性及び保存性が低下するようになる。マクロモノマー分子鎖の末端に有するビニル重合性官能基としては、アクリロイル基、メタクリロイル基などを挙げることができ、共重合のしやすさの観点からメタクリロイル基が好適である。

【0019】本発明に用いるマクロモノマーの具体例としては、ステレン、ステレン誘導体、メタクリル酸エステル、アクリル酸エステル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等を単独でまたは2種以上を重合して得られる重合体、ポリシロキサン骨格を有するマクロモノマー、特開平3-203746号公報の第4頁～第7頁に開示されているもの又は米国特許5968705号公報第5～20欄に開示されているものなどを挙げることができる。これらマクロモノマーのうち、親水性のもの、特にメタクリル酸エステルまたはアクリル酸エステルを単独でまたはこれらを組み合わせて重合して得られる重合体が、本発明に好適である。

【0020】マクロモノマーの量は、モノビニル系単量体100重量部に対して、通常、0.01～10重量部、好適には0.03～5重量部、さらに好適には0.05～1重量部である。マクロモノマーの量が少ないと、保存性と定着性とのバランスが向上しない。マクロモノマーの量が極端に多くなると定着性が低下するようになる。

【0021】着色重合体粒子には、通常、着色剤を含有させ、必要に応じて、帶電制御剤、離型剤、軟化剤、着

色剤用分散剤などを含有させる。

【0022】着色剤としては、カーボンブラック、チタンホワイト、ニグロシンベース、アニリンブルー、カルコオイルブルー、クロムイエロー、ウルトラマリンブルー、オリエントオイルレッド、フタロシアニンブルー、マラカイトグリーンオクサレート等の染顔料類；コバルト、ニッケル、三二酸化鉄、四三酸化鉄、酸化鉄マンガン、酸化鉄亜鉛、酸化鉄ニッケル等の磁性粒子；などを挙げができる。

【0023】さらに、カラー現像剤用着色剤としては、C. I. ダイレクトレッド1及び4、C. I. アシッドレッド1、C. I. ベーシックレッド1、C. I. モーダントレッド30、C. I. ダイレクトブルー1及び2、C. I. アシッドブルー9及び15、C. I. ベーシックブルー3及び5、C. I. モーダントブルー7、C. I. ダイレクトグリーン6、C. I. ベーシックグリーン4及び6等が、顔料として黄鉛、カドミウムイエロー、ミネラルファーストイエロー、ネーブルイエロー、ネフトールイエロS、ハンザイエロG、パーマネントイエロN C G、タートラジンレーキ、赤口黄鉛、モリブデンオレンジ、パーマネントオレンジG T R、ピラゾロンオレンジ、ベンジンオレンジG、カドミウムレッド、パーマネントレッド4R、ウォッキングレッドカルシウム塩、エオシンレーキ、ブリリアントカーミン3B、マンガン紫、ファストバイオレットB、メチルバイオレットレーキ、紺青、コバルトブルー、アルカリブルーレーキ、ピクトリアブルーレーキ、フタロシアニンブルー、ファストスカイブルー、インダスレンブルーBC、クロムグリーン、酸化クロム、ピグメントグリーンB、マラカイトグリーンレーキ、ファイナルイエログリーンG等が挙げられ、

【0024】フルカラー現像剤用マゼンタ着色顔料としては、C. I. ピグメントレッド1～209、C. I. ピグメントバイオレット19、C. I. バットレッド1～35等が、マゼンタ染料としては、C. I. ソルベントレッド1～121、C. I. ディスパースレッド9、C. I. ソルベントバイオレット8～27、C. I. ディスパースバイオレット1などの油溶染料；C. I. ベーシックレッド1～40、C. I. ベーシックバイオレット1～28などの塩基性染料等が挙げられ、

【0025】フルカラー現像剤用シアン着色顔料としては、C. I. ピグメントブルー2～17、C. I. バットブルー6、C. I. アシッドブルー45及びフタロシアニン骨格にタルイミドメチル基を1～5個置換した銅フタロシアニン顔料等が挙げられる。

【0026】また、フルカラー現像剤用イエロ着色顔料としては、C. I. ピグメントイエロ1～180；C. I. バットイエロ1～20等が挙げられる。

【0027】これら染顔料類は、モノビニル系単量体100重量部に対して、通常、0.1～20重量部、好ま

しくは1～10重量部の割合で用いられる。磁性粒子は、重合体粒子を構成するモノビニル系単量体100重量部に対して、通常、1～100重量部、好ましくは5～50重量部の割合で用いられる。

【0028】離型剤としては、低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、低分子量ポリブチレン等の低分子量ポリオレフィン、ワックス等を例示することができる。上記離型剤は、モノビニル系単量体100重量部に対して、通常、0.1～20重量部、好ましくは1～10重量部を用いることが好ましい。

【0029】帯電制御剤として、各種の正帯電性又は負帯電性の帯電制御剤を用いることが可能である。例えば、カルボキシル基または含窒素基を有する有機化合物の金属錯体、含金属染料、ニグロシン等が挙げられる。より具体的には、スピロンブラックTRH（保土ヶ谷化学社製）、T-77（保土ヶ谷化学社製）、ボントロンS-34（オリエント化学社製）ボントロンE-84（オリエント化学社製）、ボントロンN-01（オリエント化学社製）、コピーブルーパーPR（クラリアント社製）等の帯電制御剤を用いることができる。上記帯電制御剤は、モノビニル系単量体100重量部に対して、通常、0.01～10重量部、好ましくは0.03～5重量部を用いることが好ましい。

【0030】重合性単量体の重合は、通常、懸濁重合法、乳化重合法、分散重合法などによって行われる。本発明においては、特に、懸濁重合法によって重合を行うのが好ましい。着色重合体粒子は、例えば、重合性単量体を重合して得られた重合体を着色剤などとともに溶融混合し、固化し、粉碎する方法（すなわち、粉碎法）によって、あるいは重合性単量体と着色剤などを一緒に懸濁させ、重合する方法（すなわち、重合法）によって得ることができる。本発明においては重合法によって得られる着色重合体粒子を用いることが好ましい。ホウ素及びリンから選ばれる元素を含有する水溶性化合物を溶解した水分散媒中で、重合性単量体を懸濁重合して得られる着色重合体粒子が特に好適である。

【0031】本発明の好適な製法に用いる水分散媒は、水にホウ素及びリンから選ばれる元素を含有する水溶性化合物を溶解したものである。ホウ素及びリンから選ばれる元素を含有する水溶性化合物は、ホウ素又はリンのいずれかを少なくとも含有し、水に溶解する化合物である。なお、水に溶解させた後、水中で分解してしまうものであってもよい。ホウ素を含有する化合物としては、三フッ化ホウ素、三塩化ホウ素：テトラフルオロホウ酸、テトラヒドロホウ酸ナトリウム、テトラヒドロホウ酸カリウム；四ホウ酸ナトリウム、四ホウ酸ナトリウム十水和物、メタホウ酸ナトリウム、メタホウ酸ナトリウム四水和物、ペルオキソホウ酸ナトリウム四水和物、ホウ酸、メタホウ酸カリウム、四ホウ酸カリウム八水和物などが挙げられる。

【0032】リンを含有する化合物としては、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、メタリン酸、ニリン酸；ホスフィン酸ナトリウム一水和物、ホスホン酸ナトリウム五水和物、ホスホン酸水素ナトリウム2.5水和物、リン酸ナトリウム十二水和物、リン酸水素二ナトリウム、リン酸水素二ナトリウム十二水和物、リン酸二水素ナトリウム一水和物、リン酸二水素ナトリウム二水和物、次リン酸ナトリウム十水和物、ニリン酸ナトリウム十水和物、ニリン酸二水素二ナトリウム、ニリン酸二水素二ナトリウム六水和物、三リン酸ナトリウム、cyclic-四リン酸ナトリウム、ホスフィン酸カリウム、ホスホン酸カリウム、ホスホン酸水素カリウム、リン酸カリウム、リン酸水素カリウム、リン酸二水素カリウム、ニリン酸カリウム三水和物、メタリン酸カリウムなどが挙げられる。これらのうち、ホウ素を含有する化合物、特に四ホウ酸塩が好ましい。

【0033】水分散媒には、懸濁重合の安定性を高めるために、分散安定剤を添加してあることが好ましい。水分散媒に使用する分散安定剤としては、硫酸バリウム、硫酸カルシウムなどの硫酸塩；炭酸バリウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウムなどの炭酸塩；リン酸カルシウムなどのリン酸塩；酸化アルミニウム、酸化チタン等の金属酸化物；などの金属化合物や、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、水酸化第二鉄等の金属水酸化物；ポリビニルアルコール、メチルセルロース、ゼラチン等水溶性高分子；アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤等を挙げることができる。これらのうち、金属化合物、特に難水溶性の金属水酸化物のコロイドを含有する分散安定剤は、重合体粒子の粒径分布を狭くすることができ、画像の鮮明性が向上するので好適である。

【0034】本発明に好適に用いられる難水溶性金属化合物のコロイドは、個数粒径分布D50（個数粒径分布の50%累積値）が0.5μm以下で、D90（個数粒径分布の90%累積値）が1μm以下であることが好ましい。コロイドの粒径が大きくなると重合の安定性が崩れ、また現像剤の保存性が低下することがある。

【0035】分散安定剤は、重合性単量体100重量部に対して、通常0.1～20重量部、好ましくは0.3～10重量部の割合で使用する。この割合が少ないと充分な重合安定性や分散安定性を得ることが困難な場合があり、凝集物が生成し易くなる。この割合が多いと微粒子増加により粒径分布が広がり易い。

【0036】本発明の製法においては、重合性単量体を水分散媒中に懸濁し重合する。重合性単量体を懸濁させる方法は特に限定されない。例えば、分散液調製用の容器を用いて、重合性単量体中に、着色剤、離型剤、帯電制御剤、その他の添加剤を添加し、ビーズミル等のメディア分散機により均一に分散させた重合性単量体組成物を調製し、次いで、この組成物を水分散媒中に投入し、

良く搅拌して、液滴粒子が均一に分散する。そして、重合開始剤、分子量調整剤、架橋剤を添加、混合して、さらに高速回転せん断型搅拌機を用いて、重合性单量体組成物を目的とする着色重合体粒子の粒径に近い粒径まで造粒する。重合性单量体組成物の液滴の体積平均粒径が、通常 $2\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 、好ましくは $2\sim 9\text{ }\mu\text{m}$ 、より好ましくは $3\sim 8\text{ }\mu\text{m}$ の状態である。液滴の粒径が大きすぎると、重合中の液滴が不安定となったり、トナー粒子が大きくなり、画像の解像度が低下するようになる。液滴の体積平均粒径／数平均粒径は、通常 $1\sim 3$ 、好ましくは $1\sim 2$ である。該液滴の粒径分布が広いと定着温度のばらつきが生じ、かぶり、フィルミングなどの不具合が生じるようになる。液滴は、好適には、その体積平均粒径± $1\text{ }\mu\text{m}$ の範囲に $30\text{ 体積\%以上}$ 、好ましくは $60\text{ 体積\%以上}$ 存在する粒径分布のものである。造粒された重合性单量体組成物を別の容器（重合反応用容器）に移送し、 $5\sim 120^\circ\text{C}$ の温度で、好ましくは $35\sim 95^\circ\text{C}$ の温度で懸濁重合する。懸濁重合で得られる着色重合体粒子分散液のpHは、通常、 $8\sim 12$ 、好ましくは $8.5\sim 11$ のものである。pHが低すぎると、着色重合体粒子の粒径分布が広くなる。

【0037】そして、上記重合工程で得られる着色重合体粒子水分散液を、該着色重合体粒子の平均粒子径より大きい平均粒子径を有する濾過用重合体粒子からなる濾過ケーキ層を通して濾過脱水して洗浄する工程、洗浄した着色重合体粒子を乾燥する工程、及び必要に応じて着色重合体粒子表面に外添剤を付着させる工程を経ることがさらに好ましい。

【0038】洗浄工程において用いる濾過用重合体粒子は、着色重合体粒子の平均粒子径よりも大きい平均粒子径を有するものである。濾過用重合体粒子の平均粒子径は、着色重合体粒子の平均粒子径よりも、通常、 $0.1\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ 、好ましくは $1\sim 5\text{ }\mu\text{m}$ 大きい。濾過用重合体粒子が着色重合体粒子よりも小さい場合には、濾過ケーキ層が細密充填となり、粒子間の空隙がなくなることにより脱水性が悪くなり、得られる重合体粒子の含水率が高くなつて、帶電量などの環境依存性が大きくなる。

【0039】濾過用重合体粒子は、それを構成する重合体の種類によって特に制限されないが、現像剤への異物混入を最小限に抑えるために、着色重合体粒子と同様の重合体で構成され、且つ、着色剤、帶電制御剤、離型剤などを含有するものが好ましい。具体的な重合体としては、スチレン系单量体と、アクリル酸もしくはメタクリル酸の誘導体とを含有する共重合体、特にスチレンと（メタ）アクリル酸アルキルエステルとを含有する共重合体が好適に用いられる。

【0040】本発明の製法においては、この濾過用重合体粒子からなる濾過ケーキ層を通して濾過脱水する。濾過ケーキ層の厚みは、通常、 $2\sim 20\text{ mm}$ であり、好ましくは $5\sim 15\text{ mm}$ である。

【0041】濾過脱水の方法は、特に限定されない。例えば、遠心濾過法、真空濾過法、加圧濾過法などを挙げることができる。これらのうち遠心濾過法が好適である。濾過脱水装置としては、ピーラーセントリフュージ、サイホンピーラーセントリフュージなどを挙げることができる。遠心濾過法においては、遠心重力を、通常、 $400\sim 3000\text{ G}$ 、好ましくは $800\sim 2000\text{ G}$ に設定する。脱水後の含水率は、通常、 $5\sim 30\text{ 重量\%}$ 、好ましくは $8\sim 25\text{ 重量\%}$ である。含水率が高いと乾燥工程に時間を要するようになり、また水中の不純物濃度が低くても含水率が高いと乾燥によって不純物が濃縮され、現像剤の環境依存性が大きくなる。

【0042】なお、含水率は含水粒子 $2\text{ g}$ をアルミ皿に採取し、それを精秤（ $W_0\text{ [g]}$ ）し、 $105^\circ\text{C}$ に設定した乾燥器に1時間放置し、冷却後、精秤（ $W_1\text{ [g]}$ ）し、以下の式で計算した。

$$\text{含水率} = ((W_0 - W_1) / W_0) \times 100$$

【0043】濾過脱水する際の着色重合体粒子水分散液のpHを $6.5$ 以下に調整するのが好ましい。調整には、硫酸、塩酸などの鉱酸；カルボン酸などの有機酸を用いる。特に硫酸が好適である。

【0044】本発明に用いる外添剤としては、無機粒子や有機樹脂粒子が挙げられる。無機粒子としては、二酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化錫、チタン酸バリウム、チタン酸ストロンチウムなどが挙げられる。有機樹脂粒子としては、メタクリル酸エステル重合体粒子、アクリル酸エステル重合体粒子、スチレン-メタクリル酸エステル共重合体粒子、スチレン-アクリル酸エステル共重合体粒子、コアがメタクリル酸エステル共重合体で、シェルがスチレン重合体で形成されたコアシェル型重合体粒子などが挙げられる。これらのうち、無機酸化物粒子、特に二酸化ケイ素粒子が好適である。また、これらの粒子表面を疎水化処理することができ、疎水化処理された二酸化ケイ素粒子が特に好適である。外添剤の量は、特に限定されないが、着色重合体粒子 $100\text{ 重量部}$ に対して、通常、 $0.1\sim 6\text{ 重量部}$ である。

【0045】外添剤は2種以上を組み合わせて用いても良い。外添剤を組み合わせて用いる場合には、平均粒子径の異なる2種の無機酸化物粒子または有機樹脂粒子を組み合わせるのが好適である。具体的には、平均粒子径 $5\sim 20\text{ nm}$ 、好ましくは $7\sim 18\text{ nm}$ の粒子（好適には無機酸化物粒子）と、平均粒子径 $20\text{ nm}$ 超過 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $30\text{ nm}\sim 1\text{ }\mu\text{m}$ の粒子（好適には無機酸化物粒子）と、を組み合わせて付着させることができ。なお、外添剤用の粒子の平均粒子径は、透過型電子顕微鏡で該粒子を観察し、無作意に $100$ 個選び、その粒子径を測定し、その測定値の平均値である。

【0046】前記2種の外添剤（粒子）の量は、着色重合体粒子 $100\text{ 重量部}$ に対して、平均粒子径 $5\sim 20\text{ nm}$

mの粒子が、通常、0.1～3重量部、好ましくは0.2～2重量部、平均粒子径20nm超過2μm以下の粒子が、通常、0.1～3重量部、好ましくは0.2～2重量部である。平均粒子径5～20nm粒子と平均粒子径20nm超過2μm以下の粒子との重量比は、通常、1:5～5:1の範囲、好ましくは3:10～10:3の範囲である。外添剤の付着は、通常、外添剤と着色重合体粒子とをヘンシェルミキサーなどの混合機に入れて攪拌して行う。

【0047】本発明の画像形成方法は、前記の電子写真用現像剤を用いて、感光体上の静電潜像を現像して現像剤像を得る工程、転写材に該現像剤像を転写する工程及び転写された現像剤像を定着する工程を有するものである。

【0048】本発明の画像形成方法を、図1は画像形成装置の一態様を示す図である。画像形成装置には、感光体としての感光ドラム1が矢印A方向に回転自在に装着してある。感光ドラム1は導電性支持ドラム体の外周面に光導電層を設けたものである。光導電層は、たとえば、有機系感光体、セレン感光体、酸化亜鉛感光体、アモルファスシリコン感光体などで構成される。

【0049】感光ドラム1の周囲には、その周方向に沿って、帯電手段としての帯電ロール2、静電潜像形成手段としてのレーザー光照射装置3、現像手段としての現像ロール4、転写手段としての転写ロール10及びクリーニング装置（図示せず）が配置されている。

【0050】帯電ロールは感光ドラムの表面をプラスまたはマイナスに一様に帯電するためのものであり、帯電ロールに電圧を印加し且つ帯電ロールを感光ドラムに接触させることにより、感光ドラムの表面を帯電させていく。帯電ロール2はコロナ放電による帯電手段に置き換えることも可能である。

【0051】レーザー光照射装置3は、画像信号に対応した光を感光ドラムの表面に照射し、一様に帯電された感光ドラムの表面に所定のパターンで、光を照射して、光が照射された部分に静電潜像を形成する（反転現像の場合）、または光が照射されない部分に静電潜像を形成する（正規現像の場合）ためのものである。その他の静電潜像形成手段としては、LEDアレイと光学系とから構成されるものが挙げられる。

【0052】現像ロールは感光ドラム1の静電潜像に現像剤を付着させる現像するためのものであり、反転現像においては光照射部にのみ現像剤を付着させ、正規現像においては、光非照射部にのみ現像剤を付着させるように、現像ロールと感光ドラムとの間にバイアス電圧が印加される。

【0053】現像ロールの隣には、現像剤7が収容されるケーシング9内に、現像ロール4と供給ロール6とが設けられている。現像ロールは感光ドラムに一部接触す

るよう近接して配置され、感光ドラムと反対方向Bに回転するようになっている。供給ロール6は現像ロールに接觸して現像ロールと同じ方向Cに回転し、現像ロールの外周に現像剤を供給するようになっている。

【0054】現像ロールの周囲において、供給ロールとの接觸点から感光ドラムとの接觸点までの間の位置に、層厚規制手段としての現像ロール用ブレード5が配置してある。このブレード5は、導電性ゴムやステンレス鋼で構成されており、現像剤への電荷注入を行うため、|200V|～|600V|の電圧が印加されている。そのため、ブレード5の電気抵抗率は10の6乗Ωcm以下であることが好ましい。

【0055】画像形成装置のケーシング9には、前述の現像剤7が収容されている。本発明の現像剤は、流動性及び保存性にすぐれるので、ケーシング9内において現像剤が凝集することがなく、また、かすれやカブリなどの画像不良を生じることがなくなる。

【0056】転写ロール10は、現像ロールにより形成された感光ドラム表面の現像剤像を転写材11に転写するためのものである。転写材としては、紙や、OHPシートのような樹脂が挙げられる。転写手段としては、転写ロール以外にコロナ放電装置や、転写ベルトなどを挙げることができる。

【0057】転写材に転写された現像剤像は、定着手段によって、転写材に固定される。定着手段は、通常、加熱手段と圧着手段とからなる。転写材に転写された現像剤を加熱手段により加熱し現像剤を溶融させ、溶融した現像剤を圧着手段により転写材の表面に押し付け固定する。本発明の画像形成装置においては前述の現像剤を用いるので、加熱手段による加熱温度が低くても、現像剤が容易に溶融し、圧着手段で軽く押し付けると、現像剤が平滑な状態になって転写材表面に固定されるので、高速での印刷または複写が可能である。また、OHP透過性に優れている。

【0058】クリーニング装置は、感光ドラムの表面に残留した転写残り現像剤を清掃するためのものであり、例えば、清掃用ブレードなどで構成される。なお、このクリーニング装置は、現像ロールによる現像と同時にクリーニングを行う方式を採用する場合には、必ずしも設置することを要しない。

【0059】

【実施例】以下に実施例及び比較例を挙げて、本発明を更に具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例のみに限定されるものではない。なお、部及び%は、特に断りのない限り重量基準である。

【0060】本実施例では、以下の方法で評価した。

（流動性）篩3種（目開き：150、75、45μm）をこの順に上から重ね、一番上の篩上に測定する現像剤を4g精秤して載せる。この3種の篩を粉体測定機（細川ミクロン社製、パウダーテスター）を用いて、振動強

度4の条件で、15秒間振動した後、篩いに残存した現像剤の重量を測定し、以下の式にいれて算出した。1サンプルにつき3回測定し、その平均値を流動性の指標とした。

算出式：

$$A = (150 \mu\text{m} \text{篩に残存した現像剤重量 (g)}) / 4 \\ g \times 100$$

$$B = (75 \mu\text{m} \text{篩に残存した現像剤重量 (g)}) / 4 \\ g \times 100 \times 0.6$$

$$C = (45 \mu\text{m} \text{篩に残存した現像剤重量 (g)}) / 4 \\ g \times 100 \times 0.2$$

$$\text{流動性 (\%)} = 100 - (A + B + C)$$

【0061】(定着性) 市販の非磁性一成分現像方式のプリンター(24枚機)の定着ロール部の温度を変化できるように改造したプリンターを用いて、定着ロールの温度を変化させて、それぞれの温度での定着率を測定し、温度一定着率の関係を求め、定着率80%の温度を定着温度と定義した。なお、定着率は、プリンターで印刷した試験用紙における黒ベタ領域のテープ剥離操作前の画像濃度の比率から計算した。すなわち、テープ剥離前の画像濃度をID前、テープ剥離後の画像濃度をID後とすると、

$$\text{定着率 (\%)} = (ID\text{後} / ID\text{前}) \times 100$$

である。ここで黒ベタ領域とは、その領域内部の(プリンター制御部を制御する仮想的な)ドットのすべてに現像剤を付着させるように制御した領域のことである。テープ剥離操作とは、試験紙用の測定部分に粘着テープ(住友スリーエム社製、スコッチメンディングテープ810-3-18)を貼り、一定圧力で押圧して付着させ、その後、一定速度で紙に沿った方向に粘着テープを剥離する一連の操作である。また、画像濃度は、McBath社製反射式画像濃度測定機を用いて測定した。

【0062】(保存性) 現像剤を密閉した容器に入れて、密閉した後、55°Cの温度にした恒温水槽の中に沈め、一定時間経過した後、容器から静かに現像剤を取り出し、42メッシュの篩いの上にできるだけ構造を破壊しないように移し、粉体測定機(細川ミクロン社製、パウダーテスター)を用いて、振動強度4.5の条件で、30秒間振動した後、篩い上に残った現像剤の重量を測定し、凝集現像剤の重量とした。全現像剤に対する凝集現像剤の重量の割合(重量%)を算出した。1サンプルにつき3回測定し、その平均値を保存性の指標とした。

【0063】(帶電量の環境依存性) L/L(温度10°C、湿度20%RH)又はH/H(温度35°C、湿度80%RH)環境下で、非磁性一成分現像方式のプリンター(24枚機)に現像剤を入れ、1昼夜放置後、ハーフトーンの印字パターンを5枚印字し、その後、現像ローラ上の現像剤を吸引式帶電量測定装置に吸引し、帶電量と吸引量から単位重量当たりの帶電量を測定した。各環境下における帶電量の変化から現像剤の環境変動の状況

を評価した。

【0064】(画質の環境依存性) 前述のプリンターでH/H環境及びL/L環境下で初期から連続印字を行い、印字濃度が反射濃度計(マクベス製)で1.3以上、非画像部のカブリが白色度計(日本電色製)で10%以下で1万枚以上継続できる現像剤を(○)、5千枚以上1万枚未満の現像剤を(△)、5千枚未満の現像剤を(×)と評価した。

【0065】(白筋) 前述のプリンターでN/N(温度23°C、湿度50%)環境下で連続印字を行い、トナーリオ wとなつた時点で黒べたを1枚印字する。その際、白筋が発生した現像剤を(×)、白筋が発生しなかったものを(○)と評価した。

【0066】(粒径分布) 重合体粒子の体積平均粒径(d<sub>v</sub>)及び粒径分布即ち体積平均粒径と個数平均粒径(d<sub>p</sub>)との比(d<sub>v</sub>/d<sub>p</sub>)はマルチサイザー(コールター社製)により測定した。このマルチサイザーによる測定は、アパーチャーレイズ: 100 μm、媒体: イソトンII、試料濃度10%、測定粒子個数: 100000個の条件で行った。

#### 【0067】実施例1

ステレン78部及びn-ブチルアクリレート22部からなるコア用单量体(得られる共重合体の計算T<sub>g</sub>=50°C)と、カーボンブラック(三菱化学社製、商品名#25)7部、帯電制御剤(保土ヶ谷化学社製、商品名スピロンブラックTRH)1部、ジビニルベンゼン0.3部、ポリメタクリル酸エステルマクロモノマー(東亜合成化学工業社製、AA6、T<sub>g</sub>=94°C)0.8部、ペンタエリスリトール=テトラステアレート10部及びt-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエート4部とを高剪断力で混合可能なホモミキサー(TK式、特殊機化工社製)により、12000 rpmの回転数で攪拌、混合して、均一分散し、コア用单量体混合物を得た。

【0068】一方、メチルメタクリレート(計算T<sub>g</sub>=105°C)10部と水100部を超音波乳化機にて微分散化処理して、シェル用单量体の水分散液を得た。シェル用单量体の液滴の粒径は、得られた液滴を1%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液中に濃度3%で加え、マイクロトラック粒径分布測定器で測定したところ、D<sub>90</sub>が1.6 μmであった。

【0069】他方、イオン交換水250部に塩化マグネシウム(水溶性多価金属塩)9.8部を溶解した水溶液に、イオン交換水50部に水酸化ナトリウム(水酸化アルカリ金属)6.9部を溶解した水溶液を攪拌下で徐々に添加して、水酸化マグネシウムコロイド(難水溶性の金属水酸化物コロイド)分散液を調製した。生成した上記コロイドの粒径分布をマイクロトラック粒径分布測定器(日機装社製)で測定したところ、粒径は、D<sub>50</sub>(個数粒径分布の50%累積値)が0.38 μmで、D<sub>90</sub>(個数粒径分布の90%累積値)が0.82 μmで

あった。このマイクロトラック粒径分布測定器による測定においては、測定レンジ=0.12~704 μm、測定時間=30秒、媒体=イオン交換水の条件で行った。

【0070】上記により得られた水酸化マグネシウムクロイド分散液に、上記コア用単量体混合物を投入し、さらに、四ホウ酸ナトリウム十水和物を1部添加し、TK式ホモミキサーを用いて12000 rpmの回転数で高剪断攪拌して、コア用単量体混合物の液滴を造粒した。この造粒した単量体混合物の分散液を、攪拌翼を装着した反応器に入れ、90°Cで重合反応を開始させ、重合転化率85%に達したときに前記シェル用単量体分散液110部及び1%過硫酸カリウム水溶液1部を添加し、5時間反応を継続した後、反応を停止し、pH11のコアシェル型の着色重合体粒子の分散液を得た。

【0071】上記により得たコアシェル型の着色重合体粒子の分散液を攪拌しながら、硫酸により系のpHを約5.5にして酸洗浄(25°C、10分間)を行った。次いで、連続式ベルトフィルター(住友重機械工業社製、商品名イーグルフィルター)を用いて、脱水し、脱水後、洗浄水を振りかけて水洗浄を行った。

【0072】水洗浄後、着色重合体粒子を再度水に分散させ、次いで、サイホンピーラーセントリフュージ(三菱化工機社製、HZ40Si)を用いて、遠心重力1200G、層厚10mmで、層面積0.25m<sup>2</sup>の濾過ケーリー層(濾過用重合体粒子=体積平均粒子径7.8 μm、[スチレン]85部、n-ブチルアクリレート15部、ジビニルベンゼン0.3部、離型剤2部、カーボンブラック(キャボット社製、商品名モナーク120)7

部及び帶電制御剤(保土ヶ谷化学社製、商品名スピロンブラックTRH)1部を懸濁重合して得たもの]、洗浄用イオン交換水40部/時間、分散液の供給量120部/時間の条件で遠心濾過脱水して含水率15%の着色重合体粒子を分離し、最後に乾燥機にて45°Cで2昼夜乾燥を行い、着色重合体粒子を得た。遠心濾過の操業性は少なくとも5時間以上連続運転しても目詰まりは起きなかった。

【0073】上記により得られた着色重合体粒子100部に、疎水化処理したシリカ(商品名:AEROSIL RX-200、平均粒子径12nm、日本アエロジル社製)1部及び疎水化処理したシリカ(商品名:AEROSIL RX-50、平均粒子径40nm、日本アエロジル社製)0.5部を添加し、ヘンシェルミキサーを用いて混合して非磁性一成分現像剤を製造した。

【0074】上記処方により得られた現像剤の体積固有抵抗は、11.5(10gΩ·cm)であった。また着色重合体粒子の体積平均粒径(d<sub>v</sub>)は6.9μmであり、体積平均粒径と個数平均粒径の比(d<sub>v</sub>/d<sub>p</sub>)は1.21であり、現像剤の長径と短径の比(r<sub>1</sub>/r<sub>2</sub>)は1.1であり、ホウ素含有率は1.7ppmであった。画像評価では、高温高湿下及び低温低湿下のいずれにおいても、色調が良く、画像濃度が高く、カブリの無い極めて良好な画像が得られた。その他の評価結果を表1に示した。

【0075】

【表1】

表1

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 1	比較例 2
水分散媒添加剤	四ホウ酸ナトリウム十水和物	四ホウ酸ナトリウム十水和物	四ホウ酸ナトリウム十水和物	メタホウ酸ナトリウム四水和物	無し	四ホウ酸ナトリウム十水和物
pH	6.2	6.1	6.0	5.9	6.0	3.9
$\sigma_2 (\mu \text{S/cm})$	9	10	9	9	16	74
$\sigma_2 - \sigma_1 (\mu \text{S/cm})$	2	3	2	2	5	70
カチ素又はリン含有率(ppm)	1.7	2.4	1.8	1.6	0	180
トナ-粒径( $\mu\text{m}$ )	6.91	6.88	6.85	6.88	7.24	6.91
Dv/Dp	1.21	1.20	1.19	1.19	1.27	1.21
流動性(%)	78	76	80	81	60	78
定着温度(°C)	140	140	140	140	140	140
保存性(%)	2.3	2.5	2.2	1.9	5.2	2.4
帶電量( $\mu\text{C/g}$ )						
H/H	-28	-27	-28	-30	-18	-10
L/L	-29	-29	-29	-32	-23	-15
画質						
H/H	○	○	○	○	△	×
L/L	○	○	○	○	△	×
白筋	○	○	○	○	×	○

## 【0076】実施例2

実施例1において硫酸による酸洗浄をpH3.0で行った他は実施例1と同様にして現像剤を得、濾過後の含水率は14%であった。遠心濾過の操業性は少なくとも5時間以上連続運転しても目詰まりは起きなかった。その他の評価結果を表1に示した。

## 【0077】実施例3

実施例1において、濾過用重合粒子を、体積平均粒子径9.5 $\mu\text{m}$ の濾過用重合粒子（[スチレン85部、n-ブチルアクリレート15部、ジビニルベンゼン0.3部、離型剤2部、カーボンブラック（キャボット社製、商品名モナーク120）7部及び帶電制御剤（保土ヶ谷化学社製、商品名スピロンブラックTRH）1部を懸濁重合して得たもの]）に変えた他は実施例1と同様にして現像剤を得た。濾過後の含水率は12%であった。遠心濾過の操業性は少なくとも5時間以上連続運転しても目詰まりは起きなかった。その他の評価結果を表1に示した。

## 【0078】比較例1

四ホウ酸ナトリウム十水和物を使用しなかった他は実施

例2と同様にして現像剤を得た。その評価結果を表1に示した。

## 【0079】比較例2

連続式ベルトフィルター及び遠心脱水での水洗浄の際、濾過重合粒子として着色重合粒子よりも小さい平均粒子径のものを用いた以外は実施例2と同様にして現像剤を得た。脱水洗浄時に脱水効率が低下し、濾過後の含水率が高くなつた。その評価結果を表1に示した。

## 【0080】実施例4

四ホウ酸ナトリウム十水和物をメタホウ酸ナトリウム四水和物1部に変えた他は実施例2と同様にして現像剤を得た。その評価結果を表1に示した。

## 【0081】

【発明の効果】本発明によれば、保存性、流動性に優れ、且つ、低温低湿下及び高温高湿下のいずれの環境においても、帶電量が余り変化せず、画質が低下が殆ど見られないで、非磁性一成分現像方式の印刷機や、複写機に好適に使用することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 画像形成装置の一例を示す図である。

## 【符号の説明】

1 · · 感光ドラム  
2 · · 帯電ロール

4 · · 現像ロール  
7 · · 現像剤  
10 · · 転写ロール

【図1】

図1

